

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(51)

Int. Cl. 2:

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



C 12 D 02

DE 29 30 614 A 1

DEUTSCHES PATENTAMT

(11)

## Offenlegungsschrift

29 30 614

(21)

Aktenzeichen: P 29 30 614.7

(22)

Anmeldetag: 27. 7. 79

(43)

Offenlegungstag: 7. 2. 80

(30)

Unionspriorität:

(22) (33) (31) 27. 7. 78 Ver. Königreich 31287-78

(54)

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zum kontinuierlichen Verflüssigen von Stärke

(71)

Anmelder: The A.P.V. Co. Ltd., Crawley, Sussex (Ver. Königreich)

(74)

Vertreter: Döring, R., Dr.-Ing.; Fricke, J., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte, 3300 Braunschweig u. 8000 München

(72)

Erfinder: Cattell, Graham Scott; Daoud, Iyadh Selman; Crawley, Sussex (Ver. Königreich)

Recherchenantrag gem. § 28a PatG ist gestellt

DE 29 30 614 A 1

DR.-ING. R. DÖRING

BRAUNSCHWEIG

DIPL.-PHYS. DR. J. FRICKE

MÜNCHEN

A n s p r ü c h e

1. Verfahren zum kontinuierlichen Verflüssigen von Stärke, insb. zur Umwandlung in Zucker zur industriellen Gewinnung von als Petroleumsubstitut dienenden Alkoholen, bestehend aus folgenden Schritten: Zudosieren eines Enzyms in eine Stärkeaufschlammung, Erhitzen der Aufschlammung auf Gelatinisierungs-temperatur, Halten dieser Temperatur, Abkühlen der Aufschlammung auf die Dextrinüberführungstemperatur und Halten der Masse auf dieser Temperatur, dadurch gekennzeichnet, daß die erhitzte Aufschlammung kontinuierlich und aufsteigend durch eine Reaktionssäule geleitet und in dieser nacheinander auf Gelatinisierungstemperatur gehalten, auf Dextrinüberführungstemperatur abgekühlt und für eine für die Dextrinierung ausreichende Verweilzeit gehalten wird, während die Masse ruhig in der Säule aufwärts geführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Masse nach der Abkühlung eine zweite Menge an Enzym zudosiert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Masse im Wege der Dampfinjektion erhitzt wird.

- 2 -

4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Masse bei ihrer aufsteigenden Bewegung gegen Turbulenz und Rückmischung abgeschirmt geführt wird.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Enzym eine bakterielle Amylase verwendet wird.
6. Vorrichtung zum Ausführen des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein einziges, als aufsteigend durchströmbar Reaktionssäule ausgebildetes Rohr (7) vorgesehen ist, dessen unterem Ende eine Stärkeaufschämmung kontinuierlich zuführbar ist (Leitung 4), eine Dosiereinrichtung (5) für Enzyme und eine Injektionseinrichtung (6) für Heizdampf zum Aufheizen der Aufschämmung auf Gelatinisierungstemperatur vorgesehen sind, und daß die Reaktionssäule (7) einen unteren Verweilabschnitt (8) für die Gelatinisierung, einen nach oben anschließenden Kühlabschnitt (9) mit einer Einrichtung zum Abkühlen der Masse auf die Dextrinisorierungstemperatur und einen darüberliegenden weiteren Verweilabschnitt (10) aufweist, in dem die abgekühlte Masse in ruhiger Strömung zur Dextrinbildung nach oben geführbar ist.

- 3 -

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens der letzte Verweilabschnitt (10) der Reaktionssäule (7) mit Strömungsrichtelementen (12) versehen ist.
8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Kühlabschnitt (9) angeordnete Strömungsrichtelemente (12) zugleich als Kühlelemente ausgebildet sind.
9. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß im Austrittsbereich des Kühlabschnittes (9) eine weitere Enzym-Dosiereinrichtung (11) vorgesehen ist.

PATENTANWÄLTE

**DR.-ING. R. DÖRING**

- 4 -

**DIPL.-PHYS. DR. J. FRICKE**

BRAUNSCHWEIG

MÜNCHEN

THE A.P.V. COMPANY LIMITED of Manor Royal,  
Crawley, Sussex, England

-----  
"Verfahren und Vorrichtung zum kontinuier-  
lichen Verflüssigen von Stärke"  
-----

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum kontinuierlichen Verflüssigen von Stärke.

Bekanntlich besteht dauernd ein starkes kommerzielles Interesse an der Umwandlung von Stärkevorkommen, z.B. von Maniok, Tabioka, Kartoffel oder Mais, im Zucker, um eine nachfolgende Fmentation zu Alkohol, insb. als Petroleumsubstitut durchführen zu können.

Die erste Stufe in der Umwandlung ist eine Verflüssigung. Die Erfindung bezieht sich besonders auf den Schritt dieser Verflüssigung, insb. in Verbindung mit der Verwendung von gegen hohe Temperaturen widerstandsfähigen bakteriellen Enzymen.

909886/0917

Üblicherweise wird die Stärke mittels Dampfinjektion in Form einer Aufschlammung erhitzt, welche beispielsweise 30% Gesamt-feststoffe enthält. Dieser Aufschlammung wird eine entsprechende Menge an Enzymen, z.B. bakterielle Amylase zudosiert. Nach dem Erhitzen wird die Aufschlammung bei einer Temperatur zwischen 100° und 105° C für die Dauer von zwei bis fünf Minuten gehalten und anschließend auf etwa 90° C abgekühlt. Bei dieser Temperatur wird die Masse für die Dauer bis zu etwa 2 Stunden zur Dextrinbildung gehalten.

Das übliche Vorgehen ist ein getrenntes Ausführen der einzelnen Arbeitsschritte. Dabei wird die Dampfinjektion zur Erhitzung verwendet sowie eine unter Druck arbeitende Verweilstufe. Weiterhin ist eine sehr rasch wirksame Abkühlanordnung sowie ein für den Verweilvorgang dienender Haltekessel mit Rührwerk versehen.

Eine solche Anordnung ist nicht ganz zufriedenstellend, wenn ein kontinuierliches Herstellungsverfahren im großen Maße ausgeführt werden soll. Auch ist eine solche Anordnung in den Fällen übermäßig teuer, in denen ein Zucker hoher Qualität nicht letztendlich erstrebt wird, sodaß die Notwendigkeit einer sehr genauen Umwandlungskontrolle entfällt.

Es ist Aufgabe der Erfindung hier Abhilfe zu schaffen und ein Verfahren und eine zum Ausführen des Verfahrens dienende Vorrichtung vorzuschlagen, mit denen auf billige Weise in kontinuierlichem Vorgang Stärke in Zucker in großen Mengen und auf

ökonomische Weise umgewandelt werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die erhitzte Aufschlämmung kontinuierlich und aufsteigend durch eine Reaktionssäule geleitet und in dieser nacheinander auf Gelatinisierungstemperatur gehalten, auf Dextrinisierungstemperatur abgekühlt und für eine für die Dextringewinnung ausreichende Verweilzeit gehalten wird, während die Masse ruhig in der Säule aufwärts geführt wird.

Vorteilhafterweise kann der Masse nach der Abkühlung auf die Dextrinisierungstemperatur als eine zweite Menge an Enzym zudosiert werden.

Die Masse wird bei ihrer aufsteigenden Bewegung, vorzugsweise wenigstens in der letzten Verweilstufe, sowohl gegen Turbulenz als auch gegen Rückmischung weitgehend abgeschirmt geführt.

Zum Ausführen des Verfahrens sieht die Erfindung eine Vorrichtung vor, die sich dadurch kennzeichnet, daß ein einziges, eine aufsteigend durchströmbarer Reaktionssäule bildendes Rohr vorgesehen ist, dessen unterem Ende eine Stärkeaufschlemung kontinuierlich zuführbar ist, die eine Dosiereinrichtung für Enzyme und eine Injektionseinrichtung für Heizdampf zum Aufheizen der Aufschlämmung auf Gelatinisierungstemperatur aufweist, und daß die Reaktionssäule einen unteren Verweilabschnitt für die Gelatinisierung, einen nach oben anschließenden Kühlabschnitt

mit einer Einrichtung zum Abkühlen der Masse auf die Dextrinierungstemperatur und einen darüberliegenden weiteren Verweilabschnitt aufweist, in dem die abgekühlte Masse in ruhiger Strömung zur Dextrinbildung nach oben führbar ist.

Vorzugsweise ist der letzte Verweilabschnitt der Reaktions-säule mit Strömungsrichteinrichtungen vorgesehen, um jede Rückmischung und auch weitgehend die Turbulenz auszuschalten.

Sofern in dem Kühlabschnitt Strömungsrichtelemente vorgesehen sind, sind diese vorteilhafterweise zugleich als Kühlelemente ausgebildet. Im Bereich des Austrittes aus dem Kühlabschnitt kann der Reaktionssäule vorteilhafterweise eine weitere Enzym-Dosiereinrichtung zugeordnet sein.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand schematischer Zeich-nungen an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert.

Es zeigen:

Fig. 1 ein Flußdiagramm einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens zum Verflüssigen von Stärke gemäß der Er-findung und

Fig. 2 ein schematischer Querschnitt, der Elemente zur Ver-hinderung von Turbulenz und Rückmischung in der Reak-tionssäule zeigt.

Aus Fig. 1 ist ein zur Bildung einer Aufschlämmung dienender Tank 1 vorgesehen. Dieser ist mit einer Rühreinrichtung 2 versehen. In diesem Tank wird eine Aufschlämmung von beispielsweise 30% Gesamtfeststoffen einer Stärke, z.B. aus Tabiokamehl, Maniokmaische, frischer Kartoffelmaische in Wasser mit oder ohne der korrekten Enzymmenge gebildet. Diese Aufschlämmung wird durch eine Pumpe 3 entlang einer Leitung 4 gepumpt. In dieser Leitung passiert die Masse eine alternative Zuführungsstelle 5 für Enzym, an der das Enzym, z.B. eine bakterielle Amylase in der entsprechenden Menge zugeführt werden kann. Danach passiert die Aufschlämmung einer Dampfzuführungsstelle, in der Dampf in die Masse injiziert wird, um die Temperatur von beispielsweise  $20^{\circ}\text{C}$  auf die Gelatinisierungstemperatur von etwa  $105^{\circ}\text{C}$  anzuheben. Dies wird dadurch erreicht, daß man Dampf an der Dampfinjektionsstelle 6 injiziert. Der auf der Gelatinisierungs temperatur befindliche Schlamme wird dann im Bereich des Bodens einer einzigen Reaktionssäule 7 eingeleitet. In dieser wird die Aufschlämmung nach oben geführt und zwar ohne nennenswerte Rückmischung. Im unteren Bereich der Säule ist bei 8 eine Gelatinisierungszone angedeutet. In dieser wird die Aufschlämmung im wesentlichen auf Gelatinisierungstemperatur für eine Verweilzeit von beispielsweise 2 bis 5 Minuten gehalten. Von der Gelatinisierungsstufe gelangt die Aufschlämmung in eine Kühlzone 9 der Säule. Diese ist mit einer Kühleinrichtung versehen, um die Temperatur der Aufschlämmung von etwa  $105^{\circ}\text{C}$  bis auf etwa  $90^{\circ}\text{C}$  abzusenken, welches im wesentlichen die Dextrinierungstemperatur ist. Wenn die Masse auf diese Temperatur

abgekühlt worden ist, gelangt sie in den obersten und längsten Abschnitt der Säule, nämlich einer Dextrinisierungsstufe 10. In dieser weist die Masse eine Verweilzeit bis zu etwa 2 Stunden auf, um eine adäquate Dextrinbildung bis auf Werte von etwa 8 bis 12 DE während der langen Verweilzeit zu gewährleisten. Die Bezeichnung DE ist das Dextroseäquivalent, d.h. ein Maß für den reduzierten Zuckergehalt, der sich aus der Dextrose ausrechnet und der als Prozentsatz der gesamten trockenen Feststoffe ausgedrückt wird. Das bedeutet, daß z.B. der Wert 8 DE anzeigt, daß das Produkt 8% Zucker in den Trockenfeststoffen ausgedrückt in Dextrose enthält und ein Maß für den Umfang der Umwandlung der Stärke in Zucker darstellt.

Annähernd am Eingang der Dextrin-Umwandlungszone ist eine zweite Dosierstelle 11 für Enzyme bekannt. Dabei wird davon ausgegangen, daß es in einigen Fällen nützlich ist, die gesamte Enzymmenge in zwei Stufen einzubringen, nämlich eine Menge vor und eine nach der Gelatinisierung. Die in Dextrin umgewandelte Stärke wird am oberen Ende der Säule abgezogen. Es ist dabei zweckmäßig, an dieser Stelle eine Kühlung vorzusehen, um eine Abkühlung auf die sacharinbildende Temperatur oder bis herab auf eine Fermentationstemperatur nach Wunsch zu erzielen, und zwar ohne Gefahr einer Retrogradation in Stärke.

Die Säule 7 sollte ausreichend hoch sein, um ein Kochen der Aufschlämmung bei der Gelatinisierungstemperatur zu verhindern. Sie kann beispielsweise eine Höhe von 10 Meter und einen Durchmesser

- 10 -

von etwa 2 Meter aufweisen. Eine solche Größe sollte auch für eine Verweilzeit bei einer für die Enzyme wirksamen Temperatur von 80° bis 95° C im Bereich der Dextrinbildung ausreichend sein.

Bei einer Säule dieser Größe kann es notwendig sein, für eine gerichtete oder geradlinige Strömung zu sorgen. Hierzu können Strömungsleitvorrichtungen, z.B. in Form von Unterteilungstrennwänden 12 vorgesehen sein, wie sie in Fig. 2 gezeigt sind. Durch wird die Turbulenz vermindert und eine nennenswerte Rückmischung der Aufschlämmung beim Anstieg innerhalb der Säule verhindert. Eine geringe Rückmischung ist nicht störend, da es das Ziel der Erfindung ist, eine solche ausreichende Dextrinbildung zu gewährleisten, daß die Sacharinbildung beginnen kann. Dagegen ist es nicht das Ziel der Erfindung, einen Zucker von besonders hoher Qualität zu erhalten, was eine wesentlich genauere Kontrolle der Verflüssigung erfordern würde.

Dort wo solche Trennwände oder Zwischenwände oder Strömungsleitelemente zur Steuerung und Ausrichtung der Strömung vorgesehen sind, können diese auch gleichzeitig für bestimmte Stufen, insb. in der Kühlstufe 9, als Kühleinrichtung ausgebildet sein. Zu diesem Zweck können z.B. die Trennwände eine Reihe von radial verlaufenden und im Abstand angeordneten Trennwänden umfassen, von denen eine jede aus zwei Blechtafeln besteht, die an ihren Ecken miteinander abdichtend verbunden sind und einen Zwischenraum bilden, der ausreicht, um von einem Kühlmittel durchströmt zu werden.

909886 / 0917

2930614

-11-

Nummer:  
Int. Cl. 2:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

29 30 614  
C 12 D 13/02  
27. Juli 1979  
7. Februar 1980

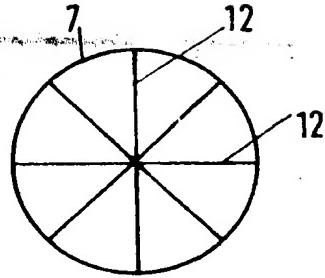


FIG. 2.

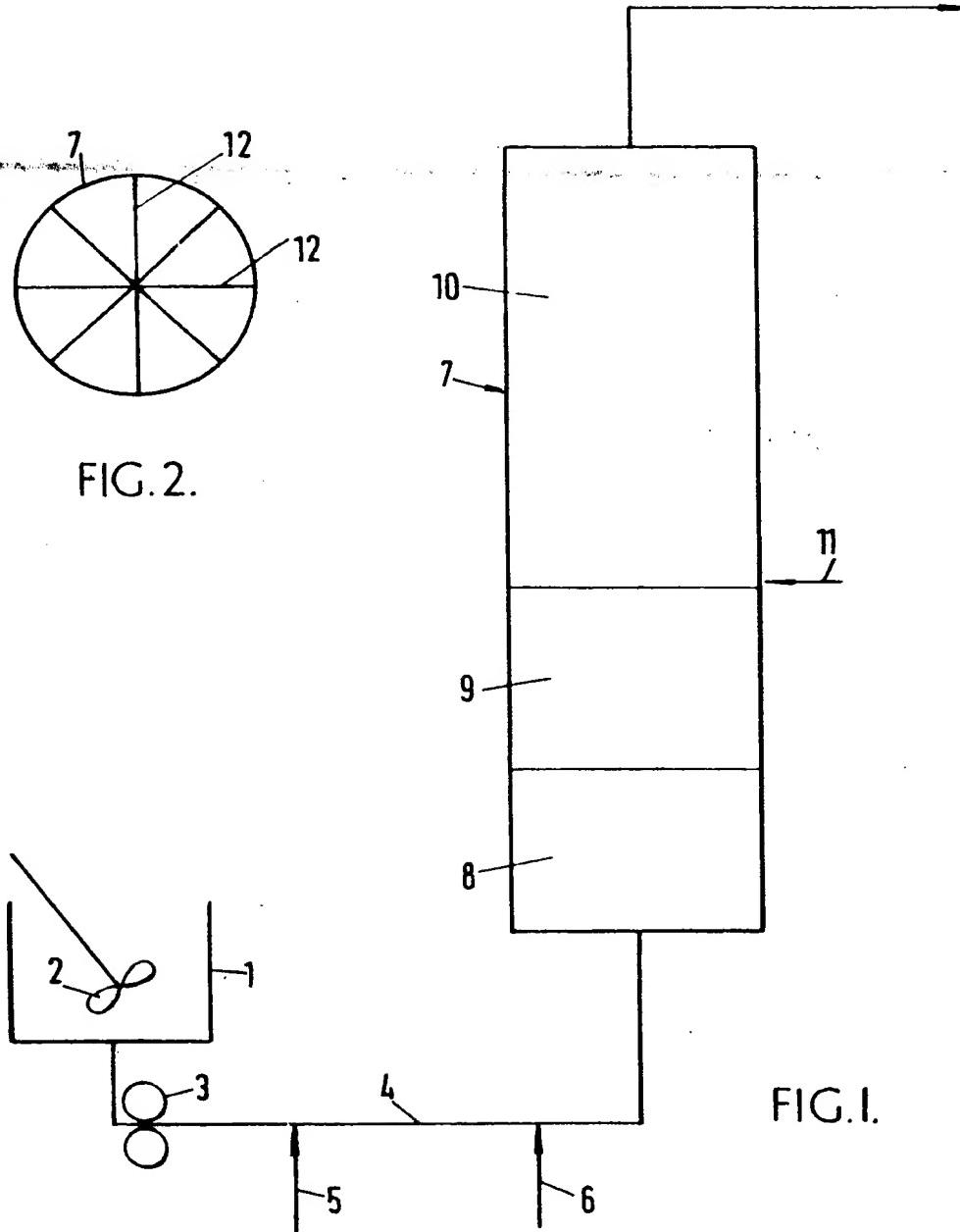


FIG. 1.

909886/0917